

APPLICANT: BOUSQUET Séverine & al;

TITLE: Method and devices for sterilization by plasma

U.S. COMPLETION OF

INTERNATIONAL APPLICATION PCT/FR00/00644

FILED March 16, 2000

VERIFICATION OF A TRANSLATION

I, (name and address of translator) Marie-Claude NIEPS of 158, rue de
l'Université, 75007 PARIS - FRANCE hereby declare that:

My name and post office address are as stated above:

That I am knowledgeable in the English Language and the French Language and
that I believe the English translation of the specification, claims, and abstract relating to
International Application PCT/FR00/00644
filed March 16, 2000 is a true and complete translation.

I hereby declare that all statements made herein of my own knowledge are true
and that all statements made on information and belief are believed to be true, and
further that these statements were made with the knowledge that willful false
statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both, under
Section 1001 of Title 18 of the United States Code and that such willful false
statements may jeopardize the validity of the application or any patent issued thereon.


(signature of translator)

Date August 31, 2001

Express Mail Number

EL 751779258 US

09/9305

R E P U B L I Q U E F R A N C A I S E



PCT/FR00/00644

FR 00/644
4

REC'D 14 APR 2000

WIPO PCT

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 05 AVR. 2000

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

**DOCUMENT DE
PRIORITÉ**

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA RÉGLE
17.1.a) OU b)

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE

26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS Cédex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04
Télécopie : 01 42 93 59 30

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : (1) 42.94.52.52 Télécopie : (1) 42.93.59.30

Confirmation d'un dépôt par télécopie ☐

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

DATE DE REMISE DES PIÈCES **16/03/99**

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL **99 03200 -**

DÉPARTEMENT DE DÉPÔT

DATE DE DÉPÔT **15 16 MARS 1999**

1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE
À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE

CABINET BEAU DE LOMENIE
158, rue de l'Université
75340 PARIS CEDEX 07

n° du pouvoir permanent : **H254310/2-AD** références du correspondant : **01.44.18.89.00** téléphone : **01.44.18.89.00**

2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle

☒ brevet d'invention

☐ demande divisionnaire

☐ certificat d'utilité

☐ transformation d'une demande
de brevet européen

☒ demande initiale

☐ brevet d'invention

☐ certificat d'utilité n°

date

Établissement du rapport de recherche

☐ différé

☒ immédiat

Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance

☐ oui

☐ non

Titre de l'invention (200 caractères maximum)

"Procédé et dispositifs de stérilisation par plasma"

3 DEMANDEUR (S)

n° SIREN

code APE-NAF

Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination

ABSYS

Forme juridique

**Société à Responsabilité
Limitée**

Nationalité (s) **Française**

Adresse (s) complète (s)

361, avenue du Général de Gaulle
92147 CLAMART

Pays

FR

En cas d'insuffisance de place, poursuivre sur papier libre ☐

4 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont les demandeurs

☐ oui

☒ non

Si la réponse est non, fournir une désignation séparée

5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES

☐ requise pour la 1ère fois

☐ requise antérieurement au dépôt ; joindre copie de la décision d'admission

6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE

pays d'origine

numéro

date de dépôt

nature de la demande

7 DIVISIONS antérieures à la présente demande n°

date

n°

date

8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE
(nom et qualité du signataire - n° d'inscription)

Alain DAVID - CPI 98 0500
Alain DAVID CPI-980500

Alain David

SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION

SIGNATURE APRES ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI

[Signature]

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08


Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° .1. / 2 .

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

V s références pour ce dossier (facultatif)		H25431-2 FRO	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		99 03200	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)			
"Procédé et dispositifs de stérilisation par plasma"			
LE(S) DEMANDEUR(S) :			
ABSYS			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		PERRUCHOT	
Prénoms		François	
Adresse	Rue	238, rue de la Convention	
	Code postal et ville	75015	PARIS
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		JAFFREZIC	
Prénoms		Marie-Pierre	
Adresse	Rue	60, rue de Villacoublay	
	Code postal et ville	78140	VELIZY
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		DESTREZ	
Prénoms		Philippe	
Adresse	Rue	29, rue des Coutures	
	Code postal et ville	92190	MEUDON
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (N m t qualité du signataire)		Paris, le 13 Mars 2000  A. DAVID CPI-98 0500 CABINET BEAU DE LOMENIE	

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08

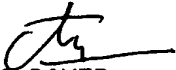
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 2. / 2.

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

V s références pour ce dossier (facultatif)		H25431-2 FRO/AD	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		99 03200	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)			
"Procédé et dispositifs de stérilisation par plasma"			
LE(S) DEMANDEUR(S) :			
ABSYS			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		BOUSQUET	
Prénoms		Séverine	
Adresse	Rue	6, allée du Port Royal	
	Code postal et ville	91190	GIF SUR YVETTE
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)		Paris, le 13 Mars 2000  A.DAVID CPI-98 0500 CABINET BEAU DE LOMENIE	

Domaine de l'invention

La présente invention se rapporte au domaine général de la stérilisation d'objets et de surfaces de toute nature et de toute forme et elle concerne plus particulièrement un procédé et différents dispositifs de stérilisation par plasma à température ambiante et à pression atmosphérique.

Art antérieur

La stérilisation correspond à un niveau de qualité bien précis dans les milieux médicaux et agro-alimentaires. Dans le milieu médical, elle désigne une destruction de tous les micro-organismes quelle que soit leur nature. Selon la Pharmacopée Européenne, un objet peut être considéré comme stérile si la probabilité qu'un micro-organisme viable y soit présent est inférieure ou égale à 10^{-6} . Le temps de stérilisation est le temps nécessaire pour stériliser un objet « normalement contaminé », c'est-à-dire contenant 10^6 spores bactériennes. Ainsi, la stérilisation d'un objet correspond à une réduction de la population initiale de spores bactériennes présentes sur cet objet de 10^6 spores à 10^{-6} spores soit une réduction logarithmique de 12 décades.

Actuellement, il existe de nombreux procédés permettant de rendre et de garder des objets stériles. L'article de Philip M Schneider paru dans le volume 77 du Tappi Journal de Janvier 1994 en pages 115 à 119 en donne un aperçu relativement exhaustif. Toutefois, Mr Schneider termine son propos sur le constat qu'il n'existe pas aujourd'hui une méthode de stérilisation idéale à basse température, c'est à dire qui soit d'une grande efficacité, d'une action rapide et d'une forte pénétration, qui soit en outre non toxique, compatible avec de nombreux matériaux notamment les matériaux organiques et qui puisse être mise en oeuvre simplement avec de faibles coûts.

En outre, l'état stérile d'un objet doit être maintenu par un emballage spécifique qui doit être compatible avec la méthode de stérilisation employée (perméable à l'agent stérilisant) et empêcher la pénétration de micro-organismes pendant les phases de transport et de stockage, afin de
5 garantir la stérilité de l'instrument lors d'une prochaine utilisation.

Les procédés de stérilisation actuels sont basés essentiellement sur l'effet de la chaleur ou sur l'action de gaz biocides.

L'autoclave, qui repose sur l'action de la chaleur humide à haute température (au moins 121°C), est le procédé le plus efficace et le moins
10 cher à mettre en œuvre, mais il ne permet pas la stérilisation de dispositifs thermosensibles de plus en plus présents, notamment dans le domaine médical.

Les procédés de stérilisation par les gaz (oxyde d'éthylène, formaldéhyde, peroxyde d'hydrogène) utilisent le caractère biocide d'un gaz
15 placé dans une enceinte de stérilisation et permettent une stérilisation à basse température (c'est à dire à moins de 80°C) des dispositifs thermosensibles. Toutefois, ils présentent de nombreux inconvénients : la toxicité des gaz considérés qui impose des procédures d'utilisation et de contrôle complexes ; l'obligation, dans certains cas (avec des matériaux
20 plastiques par exemple), de réaliser une phase de désorption du gaz toxique après la phase de stérilisation ; enfin la longueur du traitement qui nécessite souvent plusieurs heures. En outre, il convient de noter l'effet de destruction limité sur certaines spores bactériennes (comme les spores de *Bacillus stearothermophilus*).

25 Une amélioration connue de ces procédés de stérilisation par les gaz consiste à effectuer le traitement à basse pression (quelques Torr), ce qui permet de favoriser la diffusion du gaz ou la vaporisation d'un liquide biocide additionnel dans toute l'enceinte de stérilisation.

On connaît également des procédés de stérilisation par plasma à basse pression qui permettent de cumuler les effets stérilisants du gaz biocide à basse pression avec la formation, dans un plasma, d'espèces réactives (création de radicaux O^\bullet et OH^\bullet , d'espèces ionisées et / ou excitées) à partir d'un mélange gazeux (en général simplement H_2O_2 , O_2 , H_2 , H_2O , N_2 ou un gaz rare comme l'Argon). Les plasmas basse pression regroupent, dans la majorité des cas, des plasmas micro-ondes ou radiofréquences. Ils ont une efficacité importante car les espèces produites dans le plasma ont une durée de vie importante à ces pressions (d'environ 1 Torr), ce qui leur permet d'atteindre les objets à stériliser, la basse pression limitant par ailleurs la recombinaison des espèces instables.

Une optimisation connue de ces procédés de stérilisation à basse pression consiste à créer des cycles composés d'alternance entre des phases de diminution ou d'augmentation de la pression et des phases de traitement plasma comme le montre notamment la demande de brevet FR 2 759 590 déposée par la société SA Microondes Energie Systèmes.

La stérilisation par plasma peut être très efficace dans l'espace inter-électrodes, mais, outre que la zone de stérilisation est alors très petite (environ quelques cm de hauteur), les caractéristiques du plasma dépendent très fortement de la constante diélectrique, de la nature et de la taille de l'objet à stériliser. Dans ce cas, le plasma empêche un traitement réellement homogène sur toute la surface et a une action fortement corrosive sur les objets à stériliser.

Pour améliorer un tel procédé, il faut dissocier les zones de production du plasma et de stérilisation (la stérilisation est alors dite effectuée en post-décharge) afin d'éviter une trop grande interaction entre le plasma et l'objet à stériliser qui, de part sa nature, entraîne une perturbation

des lignes de champ et une dégradation de la surface de l'objet lorsqu'il est placé dans l'espace inter-électrodes. Toutefois, on notera que cette séparation de la zone de production du plasma et de la zone de stérilisation est aisée dans un procédé basse pression car les durées de vie des radicaux produits par le plasma à ces pressions sont importantes.

Les inconvénients des procédés de stérilisation par plasma à basse pression sont, malgré cela, encore nombreux et en définitive assez proches de ceux existants dans la seule stérilisation par les gaz : le coût élevé du système complet contenant une enceinte résistante au vide et un générateur de plasma ; la complexité des dispositifs mettant en oeuvre ces procédés qui limite les applications possibles ; l'augmentation du temps de traitement due aux procédures liées au traitement à basse pression (les temps nécessaires à la mise sous vide de l'enceinte, souvent de grand volume, puis au retour à la pression atmosphérique augmentent le temps de traitement) ; l'impossibilité de stériliser des objets humides ; et l'incompatibilité du gaz biocide vis à vis de certains matériaux.

Aussi, un autre procédé connu consiste à effectuer un traitement par ozone à la pression atmosphérique à partir d'un dispositif approprié appelé « ozoneur ». Ce traitement s'apparente à une stérilisation par plasma en post-décharge dont le gaz vecteur alors de type sec contiendrait de l'oxygène. Toutefois, l'action biocide de l'ozone, qui est surtout utilisée pour la désinfection de déchets et / ou de gaz est assez limitée au niveau de la stérilisation. Pour obtenir de meilleures performances, il faut en général ajouter à l'ozone (O_3) un autre agent désinfectant (par exemple du ClO_2 afin de former du ClO_3 qui présente une action bactéricide en phase gazeuse). On peut également procéder à une humification du gaz ozoné en sortie de l'ozoneur ou bien simplement mouiller les objets à stériliser pour faciliter l'action biocide de ce gaz ozoné comme l'illustre le brevet US 5 120 512

(Masuda). Toutefois, une fois encore, le dispositif approprié pour créer l'ozone reste souvent de structure complexe. Notamment, il y a toujours une dissociation entre la zone de production et la zone de stérilisation, ce qui entraîne des pertes d'efficacité au niveau de la propagation de l'agent stérilisant sur l'objet. Il est alors nécessaire d'avoir une très forte concentration en ozone pour obtenir la stérilisation d'un tel objet, ce qui implique des temps de traitement très élevés. Par exemple, il est connu que près de 3 heures de traitement sont nécessaires pour obtenir la stérilisation de spores de *Bacillus subtilis*, lesquelles pourtant ne sont plus considérées actuellement par la Pharmacopée Européenne comme les plus résistantes. Depuis 1997, les spores de *Bacillus stearothermophilus* doivent en effet être utilisées dans la validation des techniques de stérilisation par les gaz car elles sont apparues comme étant plus résistantes. De plus, la production d'ozone est tellement importante qu'il est nécessaire de mettre un dispositif de destruction d'ozone par voie thermique ou par catalyse en sortie du système pour rester dans les normes de concentration limite admises par la réglementation, une forte concentration en ozone augmentant par ailleurs la dégradation irréversible des surfaces et matériaux des objets à stériliser.

L'action de stérilisation de l'ozone, à la pression atmosphérique, semble donc limitée car, pour obtenir le niveau de stérilisation exigé actuellement par les réglementations, il est indispensable de l'associer à d'autres produits biocides et de le produire en très grande concentration dans des systèmes complexes, ce qui augmente la corrosion des matériaux les constituant et ce qui nécessite des unités de décomposition de l'ozone en fin de traitement.

Objet et définition de l'invention

L'objet de la présente invention est donc de proposer un dispositif de stérilisation par plasma mettant en oeuvre un procédé fonctionnant à pression atmosphérique et température ambiante dans un milieu ouvert ou
5 fermé et qui pallie les nombreux inconvénients précités de l'art antérieur.

Selon l'invention, il est proposé un procédé de stérilisation par plasma d'au moins un objet dans lequel :

a) on place le ou les objets à traiter dans une enceinte de traitement soumise à la pression atmosphérique,

10 b) on introduit dans cette enceinte de traitement un mélange gazeux non-biocide contenant de l'humidité,

c) on crée un plasma à partir du mélange gazeux en générant au moyen d'une alimentation haute tension une décharge électrique entre une électrode à haute tension et une électrode de masse fixées dans cette
15 enceinte de traitement,

d) on achemine le plasma en dehors de la zone inter-électrodes de création de la décharge, vers la surface de ou des objets à traiter, et

e) on évacue les résidus gazeux résultant de la décharge hors de l'enceinte de traitement.

20 Ainsi, avec ce fonctionnement à pression atmosphérique, il n'est pas nécessaire de recourir à des dispositifs complexes de fabrication de vide et à des gaz biocides.

Avantageusement, l'étape b) d'introduction d'un mélange gazeux dans l'enceinte de traitement est précédée d'une étape de chauffage du
25 mélange gazeux à une température n'excédant pas 80°C.

Selon l'invention, le mélange gazeux contient au moins 10% d'oxygène et 10% d'azote. Il est choisi de préférence un mélange de 50% d'oxygène et 50% d'azote. Le mélange gazeux peut aussi être avantageusement constitué d'air ambiant.

Le mélange gazeux comprend un taux d'humidité relative compris entre 50% et 100%, avantageusement supérieur ou égal à 90%.

Selon le mode de réalisation retenu, l'étape b) d'introduction du mélange gazeux dans l'enceinte de traitement est effectuée de façon continue ou par intermittence et il est réalisé un contrôle du débit de mélange gazeux entrant dans l'enceinte de traitement. De même, l'étape c) de création du plasma peut être précédée par une étape de circulation forcée du mélange gazeux dans l'enceinte de traitement.

L'étape d) d'acheminement du plasma vers la surface à traiter est obtenue soit par l'utilisation du vent électrique orienté de l'électrode à haute tension vers l'électrode de masse soit par la création d'un écoulement forcé dans l'enceinte de traitement.

L'invention concerne aussi le dispositif mettant en oeuvre ce procédé, lequel comporte :

- 15 - une source de gaz contenant un mélange gazeux non-biocide,
- une chambre d'humidification reliée à la source de gaz pour humidifier le mélange gazeux, et
- au moins une enceinte de traitement soumise à la pression atmosphérique comportant au moins une zone de stérilisation dans laquelle sont placés le ou les objets à traiter, cette enceinte comportant en outre dans 20 au moins une zone de production de plasma distincte de la zone de stérilisation au moins deux électrodes reliées à une alimentation haute tension pour créer un plasma en générant une décharge électrique entre ces électrodes à partir du mélange gazeux humidifié introduit par un orifice 25 d'entrée relié à la chambre d'humidification, le plasma étant acheminé en dehors de la zone inter-électrodes de production de plasma vers la surface de ou des objets à traiter et les résidus gazeux résultant de la décharge étant évacués vers un orifice de sortie de cette enceinte.

Le dispositif peut comporter en outre un capteur d'humidité relative placé en entrée de l'enceinte de traitement, un dispositif de contrôle du débit du mélange gazeux placé en sortie de la source de gaz, un capteur de gaz pour mesurer le niveau des résidus gazeux et un système de récupération de ces résidus gazeux en sortie de l'enceinte de traitement.

Les électrodes sont constituées par au moins une électrode à haute tension et une électrode de masse. De préférence, l'électrode à haute tension et/ou l'électrode de masse est recouverte d'un revêtement diélectrique.

Selon l'application envisagée, l'électrode à haute tension est une électrode métallique pouvant présenter l'une des formes suivantes : fil, pointes ou fil comportant des pointes et l'électrode de masse est une électrode métallique pouvant présenter l'une des formes suivantes : fil, plan, cylindre plein ou grille. Dans un exemple de réalisation particulièrement adaptée à la stérilisation de fins canaux, l'électrode à haute tension est constituée par un fil et l'électrode de masse est constituée par un cylindre grillagé entourant ce fil.

De même, les électrodes peuvent être montées en un réseau d'électrodes parallèles, l'alimentation des électrodes à haute tension étant effectuée successivement ou de façon simultanée.

Avantageusement, les électrodes peuvent être à usage limité.

L'alimentation haute tension est assurée par un générateur basse fréquence délivrant une tension continue, en créneaux, alternative ou pulsée en temps.

Dans une première configuration envisagée pour le dispositif, l'enceinte de traitement peut comporter plusieurs zones de production de plasma et plusieurs zones de stérilisation. Avantageusement, elle présente alors une forme spécialement adaptée à l'objet à stériliser afin de limiter la production d'agent stérilisant nécessaire à la stérilisation et d'optimiser la

vitesse d'écoulement et la concentration de cet agent stérilisant autour de l'objet.

Dans une seconde configuration envisagée pour le dispositif, celui-ci comporte plusieurs enceintes de traitement, chaque enceinte de traitement
5 comportant une enceinte de production de plasma reliée de façon séparée à une enceinte de stérilisation, les enceintes de production de plasma étant reliées à une unité centrale commune contenant la source de gaz, la chambre d'humidification et l'alimentation haute tension. Chaque enceinte de stérilisation constitue un emballage permettant de conserver l'état stérile
10 après traitement et d'assurer le transport des objets qu'elle contient. De préférence, chaque enceinte de production de plasma est enfermée dans une cage de Faraday.

Avantageusement, l'unité centrale commune comporte des moyens d'indication et de commande associés à chaque enceinte de stérilisation
15 pour assurer un contrôle individuel de la stérilisation des objets qu'elle contient. Elle comporte également des moyens d'impression pour imprimer une étiquette sur laquelle seront imprimés, pour chaque enceinte de stérilisation reliée à cette unité centrale, un numéro d'identification spécifique à chaque enceinte ainsi que la date du traitement et les
20 paramètres du cycle de stérilisation effectué.

La grande souplesse du dispositif permet son application à la stérilisation d'objets divers de toute forme et de toute nature, notamment métallique, composite ou thermosensible comme à la désinfection de surfaces ou de plaies.

Brève description des dessins

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention ressortiront mieux de la description suivante effectuée à titre indicatif et non limitatif en regard des dessins annexés sur lesquels :

- 5 - la figure 1 est un schéma de principe du dispositif de stérilisation par plasma selon l'invention,
- la figure 2 est un schéma de principe de l'enceinte de traitement du dispositif de la figure 1,
- la figure 3 illustre un premier exemple de réalisation du dispositif
- 10 de stérilisation par plasma de la figure 1,
- la figure 4 montre un exemple d'une enceinte de stérilisation formant une partie de l'enceinte de traitement schématisée à la figure 2,
- la figure 5 montre un exemple d'une enceinte de traitement comportant une zone de production de plasma et une zone de stérilisation
- 15 telles que schématisées à la figure 2,
- la figure 6 est une vue éclatée de la figure 5 illustrant une configuration particulière d'électrodes, et
- la figure 7 illustre un second exemple de réalisation du dispositif de stérilisation par plasma de la figure 1.

20

Description d'un mode préférentiel de réalisation

L'invention concerne un procédé de stérilisation ayant une efficacité sporicide sur des spores bactériennes considérées par la Pharmacopée Européenne comme les plus résistantes : *Bacillus subtilis* et

25 *Bacillus stearothermophilus*. Ce procédé met en oeuvre un mélange gazeux contenant de l'oxygène, de l'azote et de l'humidité (le gaz vecteur) à partir duquel est créé un plasma dont les espèces gazeuses ont une action stérilisante sur l'objet à traiter.

Le plasma est un gaz partiellement activé par une source électromagnétique d'énergie suffisante. Les espèces créées dans le plasma sont ionisées (molécules ou atomes), neutres (tels que les radicaux) ou excitées. Ces espèces gazeuses produites dans le plasma ont une réactivité
5 accrue qui leur permet d'interagir avec les surfaces des objets à stériliser et ainsi de détruire les micro-organismes présents sur ces surfaces.

Un schéma de principe d'un dispositif de stérilisation par plasma mettant en oeuvre le procédé selon l'invention est illustré à la figure 1. Ce dispositif est organisé autour d'une enceinte de traitement 10 à l'intérieur de
10 laquelle est créé un plasma à partir d'un mélange gazeux fourni par une source de gaz 12 et humidifié par passage au travers d'une chambre d'humidification 14. Cette enceinte de traitement peut être entièrement fermée (et alors étanche) ou seulement partiellement ouverte selon l'application envisagée.

15 Le mélange gazeux est pré-établi et contient de l'oxygène, de l'azote et de l'humidité et sa composition peut varier en fonction de la nature de l'objet à stériliser. Du taux d'oxygène contenu dans le mélange dépend l'agressivité du mélange vis à vis des matériaux constitutifs des objets à stériliser. Le mélange gazeux doit contenir au minimum 10% d'oxygène et
20 10% d'azote avec un optimum, pour l'effet sporicide, de 50% d'oxygène et de 50% d'azote. Avantageusement, ce mélange peut être de l'air ambiant. Le taux d'humidité relative est compris entre 50% et 100%, avantageusement supérieur ou égal à 90%.

Le débit d'entrée dans l'enceinte de traitement 10 du mélange gazeux
25 est ajusté en fonction de la taille et de la quantité des objets à stériliser, par un dispositif de contrôle 16 disposé en sortie de la source de gaz 12 et permettant un contrôle de la vitesse d'écoulement et de la concentration de l'agent stérilisant. Le mélange gazeux peut être chauffé pour améliorer les temps de traitement. Toutefois, la température ne doit pas excéder 80°C

pour ne pas endommager certains types d'objets, comme les objets sensibles à la chaleur.

La chambre d'humidification 14 permet d'humidifier jusqu'à saturer le mélange gazeux en humidité aux conditions normales de température et de pression. L'humidité relative de ce mélange gazeux est contrôlée avant son entrée dans l'enceinte de traitement 10 par un capteur approprié 18, la valeur de cette humidité relative conditionnant le temps de traitement nécessaire à la stérilisation. En effet, des essais effectués par les inventeurs ont pu montrer que plus l'humidité relative est importante plus court est le temps de stérilisation (voir notamment l'exemple plus avant).

Le cycle de la stérilisation peut avoir lieu avec une circulation continue ou intermittente de gaz ou sans circulation de gaz. Dans le premier cas, le débit du mélange gazeux est maintenu constant par le dispositif de contrôle 16 pendant tout le cycle de la stérilisation et les résidus (effluents) gazeux résultant de la décharge sont mesurés en sortie de l'enceinte de traitement 10 par un capteur de gaz 20 pour ne pas dépasser les concentrations limites fixées par la réglementation (ainsi dans le cas de l'ozone par exemple la valeur moyenne d'exposition admise sur un lieu de travail sur 8 heures est de 0,1 ppm selon la norme de l'Occupational Safety Health Administration), avant d'être si nécessaire évacués vers un système de récupération 22. Dans le deuxième cas, l'enceinte de traitement est remplie par le mélange gazeux à la pression atmosphérique puis isolée avant le cycle de stérilisation (le dispositif de contrôle 16 comportant à cet effet notamment une vanne d'isolation), le traitement ayant lieu dans un gaz non renouvelé. A la fin du cycle de stérilisation, l'atmosphère de l'enceinte de traitement 10 est renouvelée par passage du mélange gazeux avant d'être ouverte. Dans le troisième cas, le cycle de stérilisation peut éventuellement comporter une succession de phases intermittentes de circulation du mélange gazeux et de création du plasma.

Le capteur de gaz 20 placé en sortie de l'enceinte de traitement permet par l'intermédiaire de moyens de commande 24 disposés par exemple au niveau de cette enceinte de valider en temps réel le cycle de stérilisation et d'ajuster le temps de traitement en fonction du niveau de gaz
 5 dans l'enceinte. Ces moyens de commande sont aussi avantageusement reliés au dispositif de contrôle 16 et au capteur d'humidité relative 18 pour assurer un contrôle entièrement automatique du cycle de stérilisation.

On peut noter, que pour humidifier les objets à stériliser, et sous réserve que ceux-ci aient été préalablement refroidis, il est aussi possible
 10 d'effectuer une circulation du mélange gazeux dans l'enceinte de traitement, avant le commencement de la stérilisation proprement dite, afin de forcer une condensation de l'humidité contenue dans le mélange gazeux sur la surface de ces objets.

La figure 2 est un schéma de principe plus détaillé de l'enceinte de
 15 traitement 10 qui est formée d'une zone de production du plasma 30 et d'une zone de stérilisation 32. Les deux zones sont éventuellement séparées par une grille métallique 34, la zone de stérilisation pouvant présenter une configuration ouverte.

Dans l'exemple illustré, la zone de production du plasma comprend
 20 et d'une part un orifice d'entrée pour l'arrivée du mélange gazeux et d'autre part deux électrodes, une électrode haute tension 36 alimentée par un générateur haute tension basse fréquence 38 et une électrode de masse 40, destinées à produire entre elles une décharge électrique dite décharge « couronne ». Bien entendu, cette configuration d'électrodes n'est en
 25 aucune façon limitative et ces électrodes peuvent également se présenter sous la forme d'un réseau d'électrodes parallèles dont le nombre et la disposition dépend de la taille et de la nature de l'objet à stériliser.

L'électrode haute tension 36 est métallique, éventuellement recouverte d'un diélectrique, et peut se présenter sous la forme de pointes,

d'un fil ou d'un fil comportant des pointes. Lorsque le volume de la zone de stérilisation est important (ce qui est fonction de la taille et du nombre d'objets à stériliser), les électrodes sont avantageusement montées en un réseau d'électrodes parallèles, l'alimentation des électrodes haute tension
 5 pouvant alors avoir lieu de façon simultanée ou successive pendant le temps de stérilisation. Le nombre d'électrodes et leur longueur sont déterminés de telle sorte que la production d'espèces gazeuses stérilisantes soit suffisante pour obtenir la concentration nécessaire à la stérilisation.

L'agent stérilisant produit par la décharge couronne dans l'espace
 10 inter-électrodes peut être amené dans la zone de stérilisation soit naturellement par le vent électrique (qui est orienté de l'électrode haute tension vers l'électrode de masse), soit par la création d'un écoulement forcé dans l'enceinte de traitement.

L'électrode de masse 40 est aussi métallique, éventuellement
 15 recouverte d'un revêtement diélectrique, ce qui permet d'éviter le passage à l'arc électrique pendant le cycle de stérilisation. Selon les applications, elle peut se présenter, sous la forme d'un plan, sous la forme d'un fil ou sous la forme d'un cylindre plein ou encore sous une forme grillagée pour faciliter l'écoulement des espèces gazeuses produites par la décharge. Cette
 20 géométrie variable des électrodes permet ainsi différentes applications au procédé : emballage stérilisant, stérilisation de cavités, désinfection des surfaces par exemple. Il convient de noter que les électrodes s'oxydant au cours du temps du fait de la décharge, la zone de production du plasma et / ou les électrodes peuvent être remplacées après un (cas d'un usage unique)
 25 ou plusieurs cycles de traitement.

L'orifice d'arrivée du mélange gazeux 42 est situé de préférence près de l'électrode haute tension 36 pour optimiser son passage dans l'espace inter-électrodes, la production du plasma étant localisée dans cet espace inter-électrodes. Un orifice de sortie du gaz 44 est situé quant à lui dans la

zone de stérilisation 32 en aval de l'objet à traiter par rapport au sens d'écoulement naturel du gaz.

De plus, pour que le système soit compatible avec les normes de compatibilité magnétique, la zone de production du plasma à l'intérieur de
5 laquelle se produit la décharge est avantageusement formée par une cage de Faraday 46 pour limiter les interférences créées par cette décharge.

En série avec l'électrode de masse est monté un dispositif de mesure de courant 48 au niveau duquel il est possible de mesurer un courant de décharge. La mesure de ce courant permet d'ajuster et de contrôler le niveau
10 de tension nécessaire à l'établissement de la décharge dans l'espace inter-électrodes.

Le générateur haute tension 38 est un générateur basse fréquence. Le signal de tension appliqué sur l'électrode 36 peut être continu ou en crêteaux, de signe positif ou négatif, alternatif ou même pulsé en temps.

15 Pour obtenir un régime de décharge couronne efficace du point de vue de la stérilisation, le signal de tension doit être d'un signe approprié à la géométrie des électrodes. Le signal de tension est de préférence continu positif avec une électrode haute tension comprenant une ou plusieurs pointes. Il est de préférence continu négatif avec une électrode haute tension
20 de type filaire. Avec des électrodes recouvertes d'un diélectrique, il est choisi de préférence alternatif.

Le niveau de tension nécessaire à l'établissement d'une décharge électrique dans l'espace inter-électrodes dépend du diamètre de l'électrode haute tension et de la distance inter-électrodes. Par exemple, il a été mesuré
25 que si on applique une tension continue positive de 12 kV sur un fil de diamètre 1 mm, avec une distance inter-électrodes de 10 mm, on obtient une décharge couronne délivrant un courant de décharge de 500 μ A. On notera que cette décharge électrique peut être maintenue pendant une fraction seulement du cycle de stérilisation.

Selon l'invention, l'objet à stériliser 50 est placé sur un support, qui doit permettre la circulation de l'agent stérilisant sur toute sa surface, dans la zone de stérilisation 32, c'est à dire en dehors de la zone de production du plasma (zone inter-électrodes 30 de création de la décharge). En effet, le
5 volume et la forme de la zone de stérilisation doivent être adaptés aux objets à stériliser afin de contrôler la vitesse d'écoulement et la concentration de l'agent stérilisant. De même, la zone de stérilisation peut présenter une configuration fermée ou bien ouverte notamment dans le cas de traitement de surfaces.

10 Un premier exemple de réalisation d'un dispositif de stérilisation selon l'invention est illustré à la figure 3 qui montre un ensemble modulaire avec une unité centrale à laquelle sont reliés différents types d'enceintes de traitement. Cet ensemble modulaire permet de proposer un grand nombre de configurations qui se différencient par le type d'enceinte utilisé et la
15 manière dont cette enceinte est reliée à l'unité centrale. Il est ainsi possible de proposer une gamme d'enceintes adaptées aux besoins de chaque utilisateur en fonction du type d'objets à stériliser.

Dans une première configuration basique non représentée, tous les éléments nécessaires au traitement (source de gaz vecteur, humidificateur,
20 électrodes, alimentation haute tension) et la zone de stérilisation, qui peut contenir un ou plusieurs objets à traiter simultanément, sont placés dans un module fermé ou enceinte unique.

Dans une deuxième configuration, cet ensemble modulaire comporte une unité centrale commune contenant la source de mélange gazeux, la
25 chambre d'humidification et l'alimentation haute tension. L'unité centrale 60 comporte une ou plusieurs sorties de gaz (par exemple 62) et un nombre correspondant de sorties haute tension (par exemple 64) alimentant une ou plusieurs enceintes de production de plasma 66, 68, 70, 72 formant chacune une zone de production de plasma 30 et qui fournissent du gaz stérilisant à

une ou plusieurs enceintes de stérilisation 74, 76, 78, 80 constituant chacune une zone de stérilisation 32 contenant les objets devant être traités. Avantageusement, la ou les enceintes de production du plasma sont enfermées dans une cage de Faraday pour limiter les interférences créées

5 par la décharge. Cette configuration modulaire permet de traiter, simultanément ou non, un ensemble d'enceintes de stérilisation adaptées en nombre, forme et volume à ces objets à partir d'une seule alimentation haute tension et d'un seul système de gestion du gaz (assurant l'alimentation et la récupération) contenu dans l'unité centrale 60. Le gaz après traitement est

10 ensuite retourné à cette unité centrale par une ou plusieurs entrées d'évacuation du gaz (par exemple 82). Des moyens d'indication et de commande 84, 86, 88, 90 permettent d'assurer un contrôle individuel de chaque enceinte de stérilisation en assurant le démarrage du cycle de stérilisation et le réglage du temps de traitement et éventuellement en

15 définissant la composition du mélange gazeux à mettre en oeuvre. Le suivi des différentes commandes est assuré par la sortie d'une étiquette imprimée 94 sur une imprimante 96 intégrée à l'unité centrale 60. Pour chaque enceinte, qui porte un numéro d'identification spécifique, il est ainsi possible de mentionner sur cette étiquette la date du traitement et les

20 paramètres du cycle de stérilisation, notamment sa durée.

L'enceinte de stérilisation peut être de taille variable ou standardisée selon les besoins de l'utilisateur. En adaptant la forme et le volume de l'enceinte aux objets à stériliser, il est possible d'optimiser la circulation de l'agent stérilisant (sa vitesse d'écoulement et sa concentration) autour des

25 objets et ainsi d'assurer un traitement homogène. La figure 4 illustre un exemple de réalisation d'une de ces enceintes de stérilisation.

Elle comporte, dans un boîtier 100 dont une fermeture hermétique peut être assurée par exemple par des clips de sécurité 102 venant en prise sur un couvercle 104 de ce boîtier, une plaque support 106 pour les objets à

stériliser, par exemple une paire de ciseaux 108, un scalpel 110 et un couteau 112. Cette plaque support, qui pourra être réalisée dans un matériau poreux pour faciliter la circulation des agents stérilisants, sépare le boîtier en deux espaces superposés, un espace supérieur 114 et un espace inférieur 116, dans lesquels circulera successivement l'agent stérilisant. Cette circulation est rendue possible du fait d'orifices présents sur cette plaque ou sur le boîtier et dont la configuration est déterminée pour assurer un écoulement laminaire dans la zone de stérilisation. Par exemple, des orifices 118 de passage de cet agent stérilisant peuvent être prévus au niveau de cette plaque support ainsi que des orifices d'entrée 120 et de sortie 122 de cet agent stérilisant au niveau du boîtier, respectivement dans l'espace supérieur 114 et l'espace inférieur 116. Ces orifices d'entrée et de sortie seront munis de clapets anti-retour et pourvus avantageusement de filtres anti-bactériens pour assurer l'étanchéité de l'espace intérieur du boîtier après traitement.

Pour conserver le caractère stérile à un objet jusqu'à son utilisation, on notera qu'il est en principe nécessaire d'emballer l'objet avant le traitement. Les agents stérilisant doivent alors diffuser à l'intérieur de l'emballage et ne pas interagir avec celui-ci. Dans le cas de la stérilisation par la chaleur, la vapeur d'eau diffuse à travers l'emballage sans interagir avec celui-ci mais, dans le cas de stérilisation par les gaz, il faut développer un emballage de composition spécifique qui n'interagit pas avec l'agent stérilisant.

La simplicité de l'ensemble modulaire décrit précédemment permet de résoudre ce problème très simplement car le boîtier forme naturellement un emballage stérilisant, de plus facilement transportable. Bien entendu, il doit être maintenu fermé après le cycle de stérilisation pour cette fonction de protection bactériologique (emballage). Mais, s'il doit être ouvert pour utiliser tout ou une partie des objets qu'il renferme, il est alors nécessaire

d'engager un nouveau cycle de stérilisation en replaçant le boîtier dans l'unité centrale. On notera en outre que ce boîtier assure aussi une fonction de protection mécanique (mallette de transport ou de stockage).

Revenons à la figure 3 qui montre également une troisième configuration possible pour effectuer la stérilisation d'objets. Dans cette autre configuration, la ou les zones de production de plasma (génération de la décharge) et la ou les zones de stérilisation sont placées dans une même enceinte de traitement 130 alimentée en gaz vecteur et en haute tension à partir de l'unité centrale 60. Cette enceinte peut contenir une ou plusieurs zones de production de plasma.

Les figures 5 et 6 illustrent un exemple de réalisation d'une telle enceinte de traitement plus spécialement adaptée à la stérilisation d'un endoscope et munie de trois zones indépendantes de production de plasma.

Cette enceinte de traitement 130 se caractérise par une géométrie particulière des électrodes constituant la zone de production de plasma qui permet notamment la production in-situ de l'agent stérilisant. En effet, avec les techniques de stérilisation conventionnelles, les zones internes des objets peuvent poser des difficultés de stérilisation si les principes actifs ont du mal à les atteindre. Le problème est particulièrement vrai pour les cavités ou l'intérieur des tubes, comme par exemple dans le cas des canaux des endoscopes. Or, le procédé de stérilisation de l'invention qui peut parfaitement être appliqué à la stérilisation de ces cavités permet également de résoudre simplement ce problème d'accès à ces zones internes.

L'enceinte 130 se présente sous la forme d'un boîtier pouvant être hermétiquement fermé et dont l'espace intérieur est arrangé en fonction de la forme de l'objet à traiter. Ainsi, dans l'exemple illustré, l'endoscope étant replié à plat dans l'enceinte, il est défini trois zones distinctes de production de plasma, l'une 132 au niveau de sa tête 134 et deux autres 136, 138 réparties régulièrement le long de la surface externe de son canal 140. Le

gaz vecteur est amené au boîtier de l'unité centrale 60 par au moins une liaison externe 142 et est redistribué aux zones de production de plasma respectivement par des canalisations internes 144, 146, 148. Les électrodes de ces zones de production de plasma sont reliées notamment par des liaisons 150, 152 à un premier connecteur haute tension externe 154 en liaison avec un premier connecteur compatible correspondant 158a de l'unité centrale commune 60. Une liaison 160 permet l'évacuation vers cette unité centrale 60 du gaz après traitement. Pour la stérilisation de la surface interne du canal de l'endoscope, il est en outre prévu un système d'électrodes filaires spécifiques (voir la figure 6). L'électrode haute tension 162, alimentée à partir d'un second connecteur 156 relié également à un connecteur 158b de l'unité centrale, peut se présenter sous la forme d'un fil comportant éventuellement des pointes et disposé le long de l'axe longitudinal de ce canal et l'électrode de masse 164 est avantageusement constituée par un cylindre grillagé placé autour de cette électrode haute tension. Une configuration avec deux électrodes filaires organisées en faisceau est aussi envisageable. Dans tous les cas, pour des raisons de stabilité de la décharge, ces électrodes filaires doivent être revêtues d'un isolant, comme c'est le cas pour un fil émaillé, par exemple. Ce système d'électrodes est placé dans le canal de l'endoscope avant le début du cycle de stérilisation. Toutefois, dans certains cas, il peut être préférable d'intégrer les électrodes de décharge (qui seront éventuellement remplaçable) directement à l'objet à traiter, notamment lors de sa fabrication. L'évacuation des effluents gazeux peut être effectuée depuis le connecteur 159 également au travers de la liaison 160. Comme dans l'exemple précédent, des clapets anti-retour et des filtres anti-bactériens sont prévus aux interfaces du boîtier 130 pour assurer son étanchéité après sa déconnexion de l'unité centrale commune 60. Un contrôle individuel de

ce boîtier est assuré par un moyen d'indication et de commande 92 placé sur l'unité centrale.

Un second exemple de réalisation de l'invention est illustré à la figure 7. Il concerne plus particulièrement la désinfection de surfaces. En effet, le procédé de l'invention permet la conception d'un dispositif de désinfection des surfaces, à l'air ambiant, pouvant être utilisé par exemple pour la désinfection des sols. Les temps nécessaires à la désinfection sont beaucoup plus courts que ceux exigés pour une stérilisation et permettent donc la mise au point d'un système de traitement de surfaces par déplacement de la zone de production du plasma. Dans ce cas, le traitement assure une désinfection poussée vis à vis de tous micro-organismes (bactéries, levures, moisissures et acariens) et il peut être inclus dans un dispositif de nettoyage car les objets à stériliser ne nécessitent pas d'être séchés avant le traitement de stérilisation.

Dans un tel dispositif de désinfection de surfaces, la zone de stérilisation n'est pas constituée par une enceinte fermée mais par la zone libre située immédiatement en aval de la zone de production du plasma. En effet, ce dispositif se présente sous la forme d'un balai 168 avec un manche 170 fixé sur un corps de balai 172 formant une enceinte protectrice pour les différents éléments nécessaires à la génération d'un plasma. Notamment, le système d'électrodes avec son électrode haute tension 174 et son électrode de masse pouvant être constituée d'une simple grille métallique 176. Les électrodes ont les mêmes caractéristiques que celles décrites dans le premier exemple de réalisation, l'électrode haute tension pouvant par exemple être réalisée sous la forme de pointes, de fil ou de fil comportant des pointes. Toutefois, pour des raisons d'efficacité, l'électrode haute tension 174 est ici doublée et forme ainsi un bilame comportant éventuellement des pointes au milieu duquel se fait l'arrivée du mélange gazeux. Par cette structure spécifique, le système d'électrodes crée ainsi deux rideaux de plasma dans

l'espace inter-électrodes. Bien entendu, ce système d'électrodes peut être reproduit plusieurs fois en parallèle dans des dispositifs plus grands. L'alimentation des électrodes est effectuée avantageusement à partir d'une ou plusieurs batteries 178 intégrées au corps du balai 172.

5 Dans ce mode de réalisation, le mélange gazeux est constitué simplement par de l'air ambiant introduit dans le corps de balai par une entrée d'air externe 180 puis humidifié dans une recharge d'eau 184. Un compresseur d'air muni éventuellement d'un dispositif de filtration peut éventuellement être placée juste derrière l'entrée d'air avant la recharge
10 d'eau.

 Le principe de fonctionnement de ce balai 168 est analogue à celui régissant les enceintes précédentes. Le mélange gazeux constitué par l'air humidifié est transformé en plasma entre les électrodes et les espèces gazeuses produites par la décharge couronne dans l'espace inter-électrodes
15 sont véhiculées d'une part par le vent électrique (qui est orienté de l'électrode à la haute tension vers l'électrode de masse) vers la surface à désinfectée située en aval de l'électrode de masse et d'autre part par une circulation forcée. Il se produit alors une désinfection de la surface, l'évacuation du gaz se faisant naturellement à travers de la grille 176. Ce
20 dispositif de désinfection peut comporter un système de roulement (non représenté) pour parcourir toute la surface considérée.

 On notera que la circulation du gaz vecteur doit être répartie uniformément dans le système d'électrodes et notamment entre les deux électrodes à haute tension pour favoriser le renouvellement d'air et forcer le
25 passage du gaz vecteur à travers les deux rideaux de plasma.

 L'exemple suivant permettra de mieux apprécier l'efficacité du procédé de stérilisation par plasma selon l'invention dont l'effet stérilisant est comparé selon la composition du gaz vecteur et selon le type de spores bactériennes.

Des essais ont été effectués avec des indicateurs biologiques contenant des micro-organismes particulièrement résistants à la stérilisation par les gaz. Il s'agit de spores de *Bacillus subtilis* (provenant de la Collection de l'Institut Pasteur, CIP 77.18) et de spores de *Bacillus*
 5 *stearothermophilus* (provenant de la Collection de l'Institut Pasteur, CIP 52.81) inoculées sur des lamelles en verre. Chaque échantillon contient 10^6 spores du bacille.

Chaque indicateur biologique est placé dans la zone de stérilisation et exposé à un cycle de traitement. Pendant le traitement, le débit du mélange
 10 gazeux est de 0,2 litre / mn dans une zone de traitement de 0,5 litre à la pression atmosphérique et à la température ambiante. L'électrode à haute tension est une lame en acier de 5 cm de longueur portant des pointes sur toute sa longueur. L'électrode de masse est un disque en acier de 5 cm de diamètre. La distance inter-électrodes est de 10 mm. La décharge couronne
 15 est obtenue en appliquant une tension continue positive de 11 kV à l'électrode à haute tension.

Après avoir exposé les indicateurs biologiques à un cycle de traitement de 20 minutes, ils sont transférés stérilement sur un milieu nutritif. Les indicateurs biologiques contenant des spores de *Bacillus*
 20 *subtilis* sont incubés à 37°C pendant 15 heures. Les indicateurs biologiques contenant des spores de *Bacillus stearothermophilus* sont incubés à 56°C pendant 30 heures.

Composition du gaz vecteur	Humidité	% de spores de <i>Bacillus subtilis</i> restantes après 20 minutes de traitement	% de spores de <i>Bacillus stearothermophilus</i> restantes après 20 minutes de traitement
20 % de O ₂ dans l'azote	100 %	*	0.01
	0 %	100	100
20 % de O ₂ dans l'argon	100 %	0.05	50
	0 %	100	100

* moins de 1 spore restante

On observe clairement que le procédé selon l'invention est particulièrement efficace lorsque le gaz vecteur contient une forte humidité relative. Au contraire, avec un procédé classique utilisant un gaz rare, tel que l'argon, l'effet sur les spores de *Bacillus subtilis* est relativement faible et voire très faible sur les spores de *Bacillus stearothermophilus*, ce qui ne permet d'obtenir un niveau de qualité suffisant pour une stérilisation.

Ainsi, l'invention concerne un procédé de stérilisation par plasma en post-décharge à température ambiante et à pression atmosphérique au moyen d'une décharge couronne établie dans un mélange gazeux non-biocide contenant de l'oxygène, de l'azote et de l'humidité. Ce procédé a un effet sporicide sur des spores de *Bacillus subtilis* comme de *Bacillus stearothermophilus* et cela en moins d'une heure. Ce procédé permet en outre de stériliser des objets et des surfaces quelles que soient leur forme et leur nature, métallique, composite et thermosensible.

La stérilisation par plasma de décharge couronne apparaît comme une technique innovante utilisable à la température ambiante, dans un gaz à la pression atmosphérique et sans résidus toxiques. Le procédé ainsi décrit est à la fois simple de conception, car l'enceinte n'a pas besoin de résister à des différences de pression importante, le système d'alimentation haute tension est à basse fréquence et le système d'alimentation en gaz est simplifié, et simple d'utilisation, car il n'y a pas de produits chimiques à manipuler avant et après le cycle de stérilisation et les risques de pollution sont limités. Il présente en outre un faible coût de fabrication du fait du recours à des atmosphères gazeuses et des structures d'électrodes simples.

Les applications concernent essentiellement le domaine médical mais le procédé peut être étendu à bien d'autres applications. On notera en outre que le dispositif peut être utilisé pour la désinfection de tout type de surfaces, et donc y compris des tissus vivants. Il peut donc par exemple notamment servir à désinfecter des plaies.

REVENDICATIONS

1. Procédé de stérilisation par plasma d'au moins un objet dans lequel :
 - 5 a) on place le ou les objets à traiter (50) dans une enceinte de traitement (10) soumise à la pression atmosphérique,
 - b) on introduit dans cette enceinte de traitement un mélange gazeux non-biocide contenant de l'humidité,
 - c) on crée un plasma à partir du mélange gazeux en générant au
10 moyen d'une alimentation haute tension (38) une décharge électrique entre une électrode à haute tension (36) et une électrode de masse (40) fixées dans cette enceinte de traitement,
 - d) on achemine le plasma en dehors de la zone inter-électrodes (30) de création de la décharge, vers la surface de ou des objets à traiter (50), et
15 e) on évacue les résidus gazeux résultant de la décharge hors de l'enceinte de traitement.
 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape
b) d'introduction d'un mélange gazeux dans l'enceinte de traitement (10) est précédée d'une étape de chauffage du mélange gazeux à une température
20 n'excédant pas 80°C.
 3. Procédé selon la revendication 1 ou la revendication 2, caractérisé en ce que le mélange gazeux contient au moins 10% d'oxygène et 10% d'azote.
 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le
25 mélange gazeux est un mélange de 50% d'oxygène et 50% d'azote.
 5. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le mélange gazeux est constitué d'air ambiant.
-

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le mélange gazeux comprend un taux d'humidité relative compris entre 50% et 100%.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le mélange gazeux comporte un taux d'humidité relative supérieur ou égal à 90%.

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape b) d'introduction du mélange gazeux dans l'enceinte de traitement (10) est effectuée de façon continue ou par intermittence.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce qu'il est réalisé un contrôle du débit de mélange gazeux entrant dans l'enceinte de traitement (10).

10. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape c) de création du plasma est précédée par une étape de circulation forcée du mélange gazeux dans l'enceinte de traitement (10).

11. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape d) d'acheminement du plasma vers la surface à traiter (50) est obtenue par l'utilisation du vent électrique orienté de l'électrode à haute tension (36) vers l'électrode de masse (40).

12. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape d) d'acheminement du plasma vers la surface à traiter (50) est obtenue par la création d'un écoulement forcé dans l'enceinte de traitement (10).

13. Dispositif de stérilisation par plasma d'au moins un objet, caractérisé en ce qu'il comporte :

- une source de gaz (12) contenant un mélange gazeux non-biocide,
- une chambre d'humidification (14) reliée à la source de gaz pour humidifier le mélange gazeux, et
- au moins une enceinte de traitement (10) soumise à la pression atmosphérique comportant au moins une zone de stérilisation (32) dans

laquelle sont placés le ou les objets à traiter (50), cette enceinte comportant en outre, dans au moins une zone de production de plasma (30) distincte de la zone de stérilisation, au moins deux électrodes (36, 40) reliées à une alimentation haute tension (38) pour créer un plasma en générant une
 5 décharge électrique entre ces électrodes à partir du mélange gazeux humidifié introduit par un orifice d'entrée (42) relié à la chambre d'humidification, le plasma étant acheminé en dehors de la zone inter-électrodes de production de plasma (30) vers la surface de ou des objets à traiter et les résidus gazeux résultant de la décharge étant évacués vers un
 10 orifice de sortie (44) de cette enceinte.

14. Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un capteur d'humidité relative (18) placé en entrée de l'enceinte de traitement (10).

15. Dispositif selon la revendication 13 ou la revendication 14, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un dispositif (16) de contrôle du débit du mélange gazeux placé en sortie de la source de gaz (12).

16. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 13 à 15, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un système (22) de récupération des résidus gazeux en sortie de l'enceinte de traitement (10).

20 17. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 13 à 16, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un capteur de gaz (20) placé en sortie de l'enceinte de traitement (10).

18. Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce que le mélange gazeux est contient au moins 10% d'oxygène et 10% d'azote.

25 19. Dispositif selon la revendication 18, caractérisé en ce que le mélange gazeux est un mélange de 50% d'oxygène et 50% d'azote.

20. Dispositif selon la revendication 18, caractérisé en ce que le mélange gazeux est constitué d'air ambiant.

21. Dispositif selon la revendication 20, caractérisé en ce que l'air ambiant est comprimé préalablement à son humidification.

22. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 13 à 21, caractérisé en ce que le mélange gazeux comprend un taux d'humidité relative compris entre 50% et 100%, avantageusement supérieur ou égal à 90%.

23. Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce qu'il comporte au moins une électrode à haute tension (36) et une électrode de masse (40).

24. Dispositif selon la revendication 23, caractérisé en ce que l'électrode à haute tension et/ou l'électrode de masse est recouverte d'un revêtement diélectrique.

25. Dispositif selon la revendication 23 ou la revendication 24, caractérisé en ce que l'électrode à haute tension est une électrode métallique pouvant présenter l'une des formes suivantes : fil, pointes ou fil comportant des pointes.

26. Dispositif selon la revendication 23 ou la revendication 24, caractérisé en ce que l'électrode de masse est une électrode métallique pouvant présenter l'une des formes suivantes : fil, plan, cylindre plein ou grille.

27. Dispositif selon la revendication 25 et la revendication 26, caractérisé en ce que l'électrode à haute tension est constituée par un fil (162) et en ce que l'électrode de masse est constituée par un cylindre grillagé (164) entourant ce fil.

28. Dispositif selon la revendication 23, caractérisé en ce que les électrodes sont montées en un réseau d'électrodes parallèles, l'alimentation des électrodes à haute tension étant effectuée successivement ou de façon simultanée.

29. Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce que les électrodes sont à usage limité.

30. Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce que l'alimentation haute tension (38) est assurée par un générateur basse
5 fréquence délivrant une tension continue, en créneaux, alternative ou pulsée en temps.

31. Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce que l'enceinte de traitement (130) comporte plusieurs zones de production de plasma (132, 136, 138) et plusieurs zones de stérilisation.

10 32. Dispositif selon la revendication 31, caractérisé en ce que l'enceinte de traitement présente une forme spécialement adaptée à l'objet à stériliser (134, 140) afin de limiter la production d'agent stérilisant nécessaire à la stérilisation et d'optimiser la vitesse d'écoulement et la concentration de cet agent stérilisant autour de l'objet.

15 33. Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce qu'il comporte plusieurs enceintes de traitement, chaque enceinte de traitement comportant une enceinte de production de plasma (66, 68, 70, 72) reliée de façon séparée à une enceinte de stérilisation (74, 76, 78, 80), les enceintes de production de plasma étant reliées à une unité centrale commune (60)
20 contenant la source de gaz, la chambre d'humidification et l'alimentation haute tension.

34. Dispositif selon la revendication 33, caractérisé en ce que chaque enceinte de stérilisation constitue un emballage permettant de conserver l'état stérile après traitement et d'assurer le transport des objets
25 qu'elle contient.

35. Dispositif selon la revendication 33, caractérisé en ce que chaque enceinte de production de plasma est enfermée dans une cage de Faraday.

36. Dispositif selon la revendication 33, caractérisé en ce que l'unité centrale commune (60) comporte des moyens d'indication et de commande (84, 86, 88, 90) associés à chaque enceinte de stérilisation pour assurer un contrôle individuel de la stérilisation des objets qu'elle contient.

5 37. Dispositif selon la revendication 33, caractérisé en ce que l'unité centrale commune (60) comporte des moyens d'impression (96) pour imprimer une étiquette (94) sur lequel seront imprimés, pour chaque enceinte de stérilisation reliée à cette unité centrale, un numéro d'identification spécifique à chaque enceinte ainsi que la date du traitement
10 et les paramètres du cycle de stérilisation effectué.

38. Application du dispositif des revendications 13 à 37 à la stérilisation d'objets de toute forme et de toute nature, notamment métallique, composite ou thermosensible.

15 39. Application du dispositif des revendications 13 à 37 à la désinfection des surfaces.

40. Application du dispositif des revendications 13 à 37 à la désinfection des plaies.

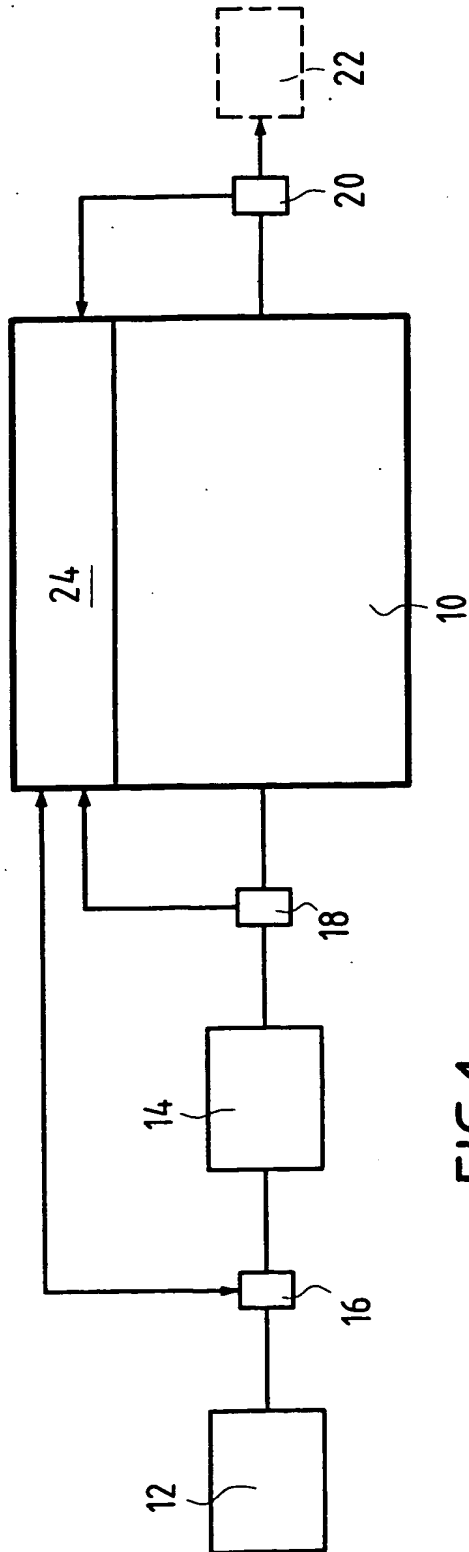


FIG. 1

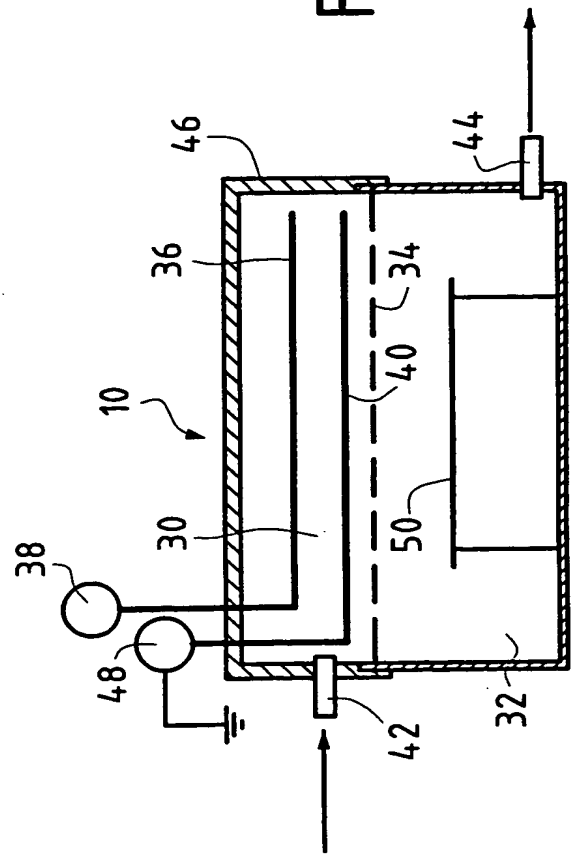


FIG. 2

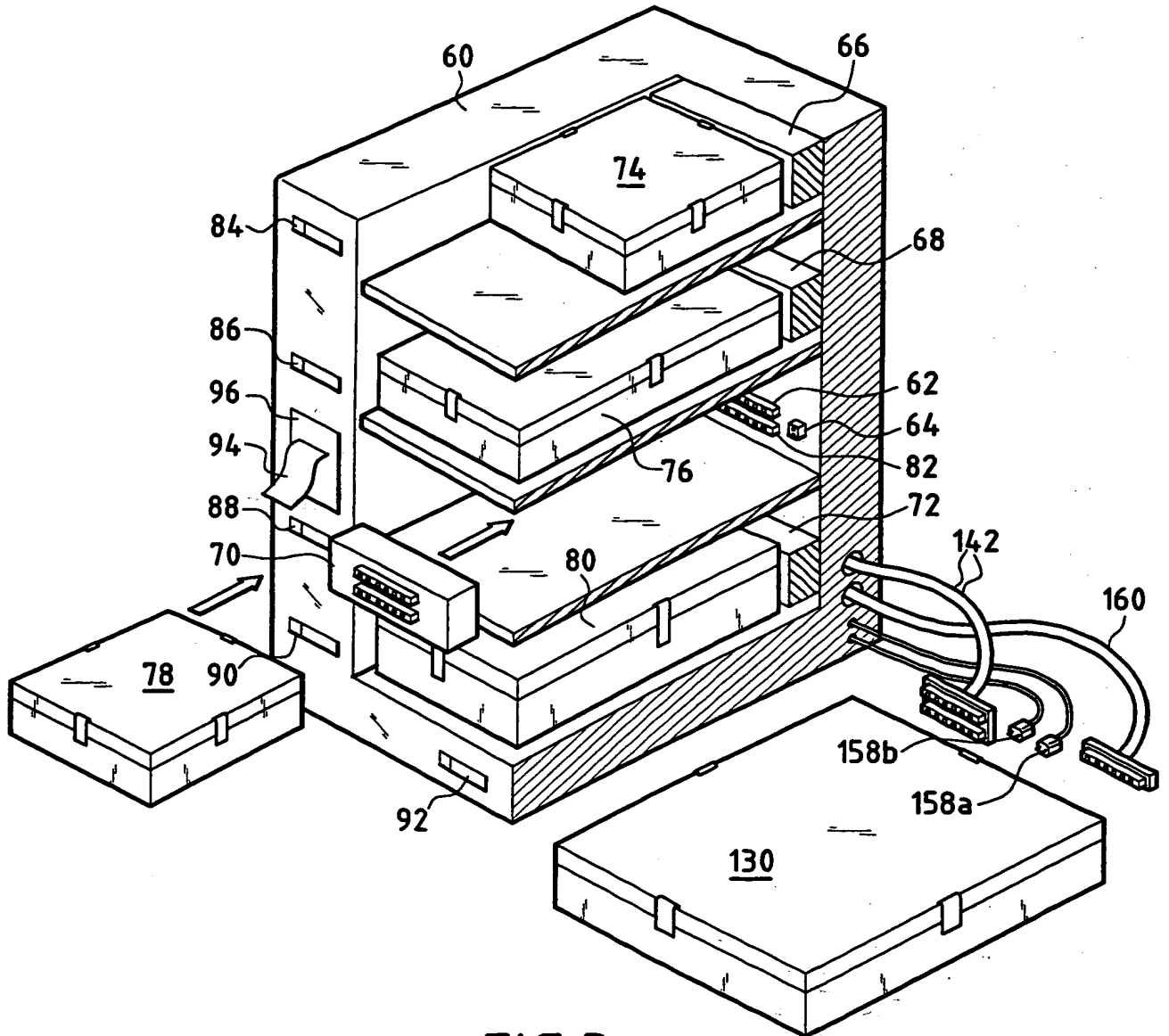
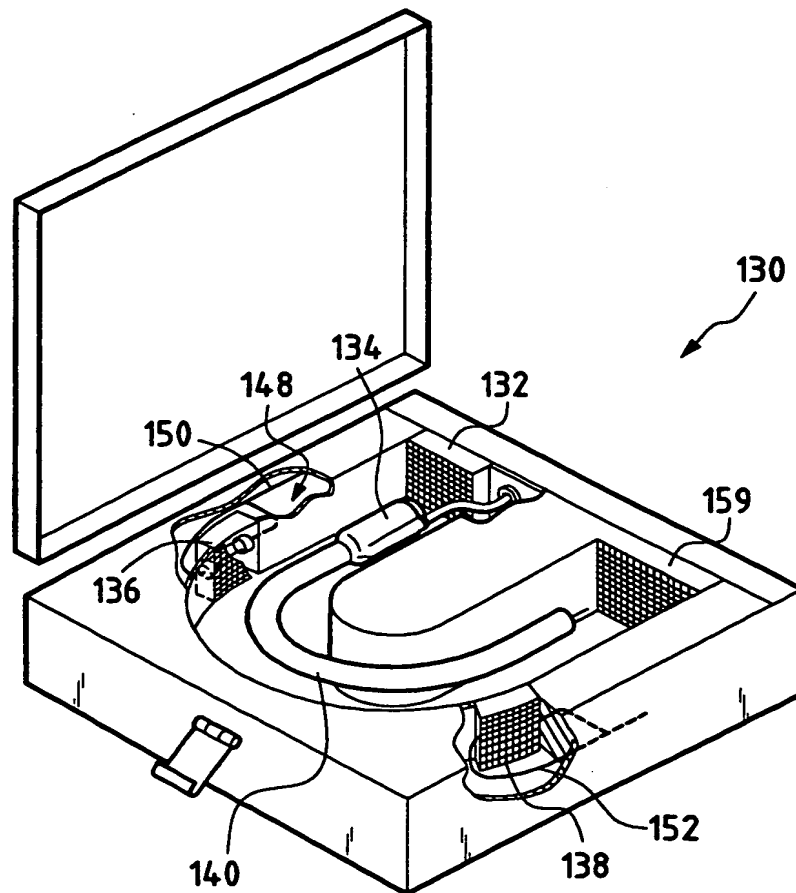


FIG.3



4/4

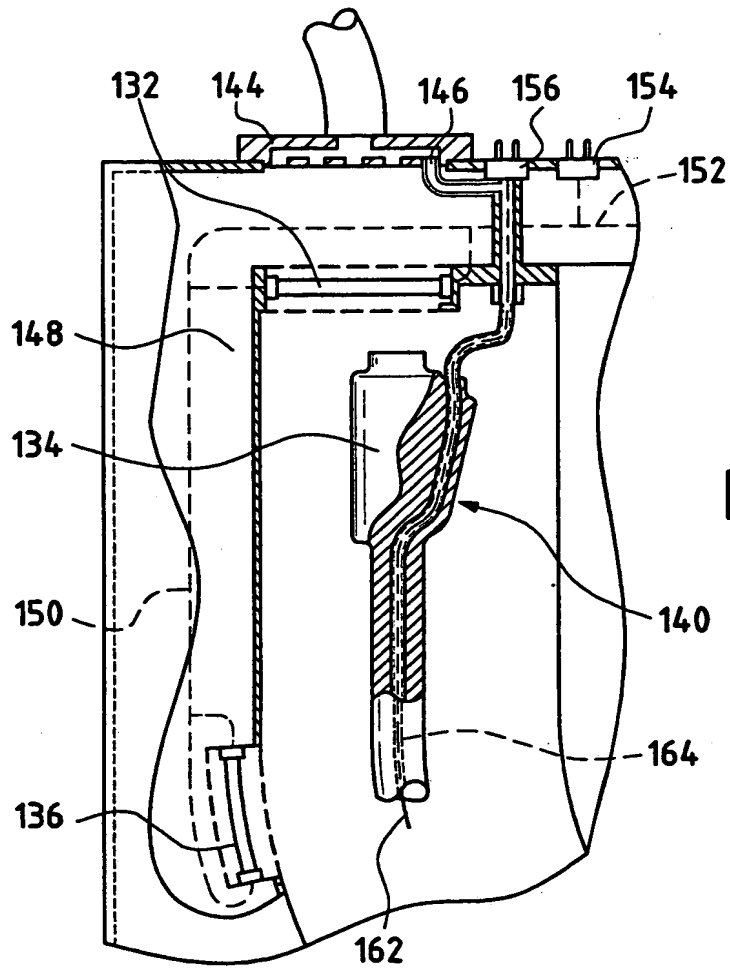


FIG. 6

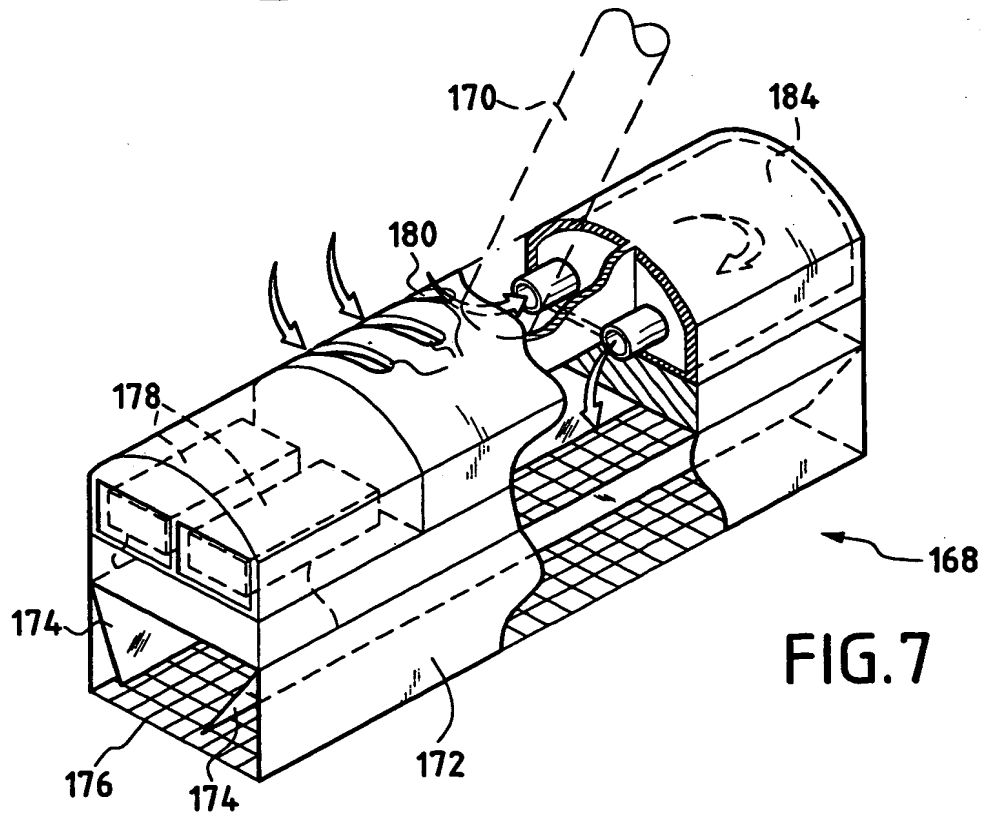


FIG. 7

REVENDICATIONS

1. Procédé de stérilisation par plasma d'au moins un objet dans lequel :
 - 5 a) on place le ou les objets à traiter (50) dans une enceinte de traitement (10) soumise à la pression atmosphérique,
 - b) on introduit dans cette enceinte de traitement un mélange gazeux non-biocide contenant de l'humidité,
 - c) on crée un plasma produisant des espèces réactives à partir du
10 mélange gazeux en générant au moyen d'une alimentation haute tension (38) une décharge électrique entre une électrode à haute tension (36) et une électrode de masse (40) fixées dans cette enceinte de traitement,
 - d) on achemine les espèces réactives du plasma en dehors de la zone
inter-électrodes (30) de création de la décharge, vers la surface de ou des
15 objets à traiter (50), et
 - e) on évacue les résidus gazeux résultant de la décharge hors de l'enceinte de traitement.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape
b) d'introduction d'un mélange gazeux dans l'enceinte de traitement (10)
20 est précédée d'une étape de chauffage du mélange gazeux à une température n'excédant pas 80°C.
3. Procédé selon la revendication 1 ou la revendication 2, caractérisé en ce que le mélange gazeux contient au moins 10% d'oxygène et 10% d'azote.
- 25 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le mélange gazeux est constitué d'air ambiant.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le mélange gazeux comprend un taux d'humidité relative compris entre 50% et 100%.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que le mélange gazeux comporte un taux d'humidité relative supérieur ou égal à 90%.

5 7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape b) d'introduction du mélange gazeux dans l'enceinte de traitement (10) est effectuée de façon continue ou par intermittence.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'il est réalisé un contrôle du débit de mélange gazeux entrant dans l'enceinte de traitement (10).

10 9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape c) de création du plasma est précédée par une étape de circulation forcée du mélange gazeux dans l'enceinte de traitement (10).

15 10. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape d) d'acheminement des espèces réactives du plasma vers la surface à traiter (50) est obtenue par l'utilisation du vent électrique orienté de l'électrode à haute tension (36) vers l'électrode de masse (40).

20 11. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape d) d'acheminement des espèces réactives du plasma vers la surface à traiter (50) est obtenue par la création d'un écoulement forcé dans l'enceinte de traitement (10).

12. Dispositif de stérilisation par plasma d'au moins un objet, caractérisé en ce qu'il comporte :

25 - une source de gaz (12) contenant un mélange gazeux non-biocide,
- une chambre d'humidification (14) reliée à la source de gaz pour humidifier le mélange gazeux, et

30 - au moins une enceinte de traitement (10) soumise à la pression atmosphérique comportant au moins une zone de stérilisation (32) dans laquelle sont placés le ou les objets à traiter (50), cette enceinte comportant en outre, dans au moins une zone de production de plasma (30) distincte de la zone de stérilisation, au moins deux électrodes (36, 40) reliées à une alimentation haute tension (38) pour créer un plasma en générant une

décharge électrique entre ces électrodes à partir du mélange gazeux humidifié introduit par un orifice d'entrée (42) relié à la chambre d'humidification, les espèces réactives du plasma étant acheminé en dehors de la zone inter-électrodes de production de plasma (30) vers la surface de
5 ou des objets à traiter et les résidus gazeux résultant de la décharge étant évacués vers un orifice de sortie (44) de cette enceinte.

13. Dispositif selon la revendication 12, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un capteur d'humidité relative (18) placé en entrée de l'enceinte de traitement (10).

10 14. Dispositif selon la revendication 12 ou la revendication 13, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un dispositif (16) de contrôle du débit du mélange gazeux placé en sortie de la source de gaz (12).

15 15. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 12 à 14, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un système (22) de récupération des résidus gazeux en sortie de l'enceinte de traitement (10).

16. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 12 à 15, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un capteur de gaz (20) placé en sortie de l'enceinte de traitement (10).

20 17. Dispositif selon la revendication 12, caractérisé en ce que le mélange gazeux est contient au moins 10% d'oxygène et 10% d'azote.

18. Dispositif selon la revendication 17, caractérisé en ce que le mélange gazeux est constitué d'air ambiant.

19. Dispositif selon la revendication 18, caractérisé en ce que l'air ambiant est comprimé préalablement à son humidification.

25 20. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 12 à 19, caractérisé en ce que le mélange gazeux comprend un taux d'humidité relative compris entre 50% et 100%, avantageusement supérieur ou égal à 90%.

30 21. Dispositif selon la revendication 12, caractérisé en ce qu'il comporte au moins une électrode à haute tension (36) et une électrode de masse (40).

22. Dispositif selon la revendication 21, caractérisé en ce que l'électrode à haute tension et/ou l'électrode de masse est recouverte d'un revêtement diélectrique.

23. Dispositif selon la revendication 21 ou la revendication 22, caractérisé en ce que l'électrode à haute tension est une électrode métallique pouvant présenter l'une des formes suivantes : fil, pointes ou fil comportant des pointes.

24. Dispositif selon la revendication 21 ou la revendication 22, caractérisé en ce que l'électrode de masse est une électrode métallique pouvant présenter l'une des formes suivantes : fil, plan, cylindre plein ou grille.

25. Dispositif selon la revendication 23 et la revendication 24, caractérisé en ce que l'électrode à haute tension est constituée par un fil (162) et en ce que l'électrode de masse est constituée par un cylindre grillagé (164) entourant ce fil.

26. Dispositif selon la revendication 21, caractérisé en ce que les électrodes sont montées en un réseau d'électrodes parallèles, l'alimentation des électrodes à haute tension étant effectuée successivement ou de façon simultanée.

27. Dispositif selon la revendication 12, caractérisé en ce que les électrodes sont à usage limité.

28. Dispositif selon la revendication 12, caractérisé en ce que les électrodes sont intégrées à l'objet à traiter dont elles forment une partie.

29. Dispositif selon la revendication 12, caractérisé en ce que l'alimentation haute tension (38) est assurée par un générateur basse fréquence délivrant une tension continue, en créneaux, alternative ou pulsée en temps.

30. Dispositif selon la revendication 12, caractérisé en ce qu'il comporte plusieurs enceintes de traitement, chaque enceinte de traitement comportant au moins une zone de production de plasma (66, 68, 70, 72) reliée de façon fixe ou non à au moins une zone de stérilisation (74, 76, 78,

80), les zones de production de plasma étant reliées à une unité centrale commune (60) contenant la source de gaz, la chambre d'humidification et l'alimentation haute tension.

31. Dispositif selon la revendication 30, caractérisé en ce que la zone de stérilisation de l'enceinte de traitement présente une forme spécialement adaptée à l'objet à stériliser (134, 140) afin de limiter la production d'agent stérilisant nécessaire à la stérilisation et d'optimiser la vitesse d'écoulement et la concentration de cet agent stérilisant autour de l'objet.

32. Dispositif selon la revendication 30, caractérisé en ce que la zone de stérilisation est séparée de la zone de production et forme une enceinte indépendante.

33. Dispositif selon la revendication 30, caractérisé en ce que une ou plusieurs enceintes de stérilisation ou de traitement constituent un emballage permettant de conserver l'état stérile après traitement et d'assurer le transport des objets qu'elle contient.

34. Dispositif selon la revendication 30, caractérisé en ce que chaque enceinte de production de plasma est enfermée dans une cage de Faraday.

35. Dispositif selon la revendication 30, caractérisé en ce que l'unité centrale commune (60) comporte des moyens d'indication et de commande (84, 86, 88, 90) associés à chaque enceinte de stérilisation pour assurer un contrôle individuel de la stérilisation des objets qu'elle contient.

36. Dispositif selon la revendication 30, caractérisé en ce que l'unité centrale commune (60) comporte des moyens d'impression (96) pour imprimer une étiquette (94) sur lequel seront imprimés, pour chaque enceinte de stérilisation reliée à cette unité centrale, un numéro d'identification spécifique à chaque enceinte ainsi que la date du traitement et les paramètres du cycle de stérilisation effectué.

37. Application du dispositif des revendications 12 à 36 à la stérilisation d'objets de toute forme et de toute nature, notamment métallique, composite ou thermosensible.

5 38. Application du dispositif des revendications 12 à 36 à la désinfection des surfaces.

39. Application du dispositif des revendications 12 à 36 à la désinfection des plaies.

